

CERAMIC STRUCTURE

Patent Number: JP8028246
Publication date: 1996-01-30
Inventor(s): NARUSE KAZUYA; others: 04
Applicant(s): IBIDEN CO LTD; others: 01
Requested Patent: ☐ JP8028246
Application Number: JP19940161938 19940714
Priority Number(s):
IPC Classification: F01N3/02; B01D39/20; B01J35/04; C04B35/565; C04B35/584; C04B35/583
EC Classification:
Equivalents: JP3121497B2

Abstract

PURPOSE: To improve the material characteristics, such as adhesion, of a sealant at an ordinary temperature period and a high temperature period and to improve durability of a ceramic structure.
CONSTITUTION: A plurality of through-holes formed in parallel along a longitudinal direction are formed, the end faces of the through-holes are sealed in a checkered state, and opening and closing are in a reverse relation between the input side and the output side of gas. A plurality of ceramic members 2 and 3 where the through-holes adjoining to each other are breathably intercommunicated through a porous partition wall are bounded together to form an assembly. Thus, a sealant 4 of a resilient material consisting of inorganic fibers, an inorganic binder, an organic binder, and inorganic particles and formed in such a manner that three-dimensionally crossed inorganic fibers and inorganic particles are intercoupled through an inorganic binder and an organic binder is located between the ceramic members 2 and 3 for integral adhesion.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-28246

(43) 公開日 平成8年(1996)1月30日

| (51) Int.Cl. ⁶ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|---------|--------|----------------|---------|
| F 0 1 N 3/02 | 3 0 1 C | Z A B | | |
| B 0 1 D 39/20 | Z A B D | | | |
| | | | C 0 4 B 35/ 56 | 1 0 1 L |
| | | | 35/ 58 | 1 0 2 M |

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平6-161938

(22) 出願日 平成6年(1994)7月14日

(71) 出願人 000000158

イビデン株式会社

岐阜県大垣市神田町2丁目1番地

(71) 出願人 000003908

日産ディーゼル工業株式会社

埼玉県上尾市大字壱丁目1番地

(72) 発明者 成瀬 和也

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社内

(72) 発明者 大野 哲史

岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 小川 順三 (外1名)

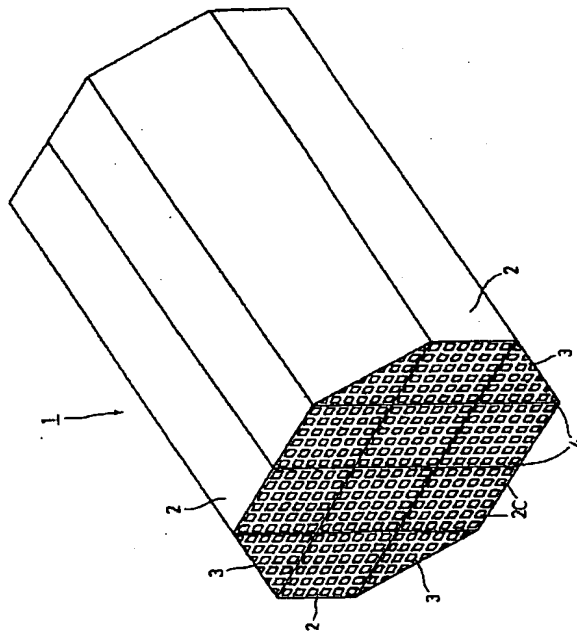
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミック構造体

(57) 【要約】

【目的】 常温時および高温時におけるシール材の接着性等の材料特性を改善し、セラミック構造体の耐久性を向上させること。

【構成】 長手方向に沿って並列する複数の貫通孔を有し、かつ、これらの貫通孔の各端面は、それぞれ市松模様状に目封じされていると共に、ガスの入側と出側とでは開閉が逆の関係にあり、そして、これらの貫通孔の隣接するものどうしは、多孔質な隔壁を通じて互いに通気可能にしたセラミック部材2、3を、複数個結束させて集合体としたセラミック構造体において、前記各セラミック部材2、3の相互間を、少なくとも無機繊維、無機バインダー、有機バインダーおよび無機粒子からなり、かつ三次元的に交錯する前記無機繊維と無機粒子とを、前記の無機バインダーおよび有機バインダーを介して互いに結合してなる弾性質素材のシール材4を介在させて、一体に接着したことを特徴とするセラミック構造体である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 長手方向に沿って並列する複数の貫通孔を有し、かつ、これらの貫通孔の各端面は、それぞれ市松模様状に目封じされていると共に、ガスの入側と出側とでは開閉が逆の関係にあり、そして、これらの貫通孔の隣接するものどうしは、多孔質な隔壁を通じて互いに通気可能にしたセラミック部材を、複数個結束させて集合体としたセラミック構造体において、

前記各セラミック部材の相互間を、少なくとも無機繊維、無機バインダー、有機バインダーおよび無機粒子からなり、かつ三次元的に交錯する前記無機繊維と無機粒子とを、前記の無機バインダーおよび有機バインダーを介して互いに結合してなる弾性質素材のシール材を介在させて、一体に接着したことを特徴とするセラミック構造体。

【請求項2】 前記シール材は、無機繊維として、シリカ-アルミナ、ムライト、アルミナおよびシリカから選ばれる少なくとも1種以上のセラミックファイバーを用い、無機バインダーとして、シリカゾルおよびアルミナゾルから選ばれる少なくとも1種以上のコロイダルゾルを用い、有機バインダーとして、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロースおよびカルボメトキシセルロースから選ばれる少なくとも1種以上の多糖類を用い、そして無機粒子として、炭化珪素、窒化珪素および窒化硼素から選ばれる少なくとも1種以上の無機粉末またはウィスカーを用い、これらを互いに混合してなる弾性質素材であることを特徴とする請求項1に記載のセラミック構造体。

【請求項3】 前記シール材は、固形分で、10～70wt%のシリカ-アルミナセラミックファイバー、1～30wt%のシリカゾル、0.1～5.0 wt%のカルボメトキシセルロースおよび3～80wt%の炭化珪素粉末からなることを特徴とする請求項2に記載のセラミック構造体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、セラミック構造体に関し、特に、セラミック製のハニカム構造体、モノリス構造体、その他部材の長手方向に沿って複数の貫通孔を並列して穿孔してなるセラミック構造体の新規な構造について提案する。

【0002】

【従来の技術】一般に、長手方向に沿って複数の貫通孔を並列して設けてなるセラミック製ハニカム構造体などは、車両用排気ガスや工場からの排気ガスなどを浄化処理するためのフィルタとして使われている。このセラミック構造体は、その端面における貫通孔の開-封状態が市松模様状（隣接する貫通孔どうしが互いに他と異なるように開-封状態となっている状態）を呈するようになっている。即ち、これらの貫通孔はいずれか一方の端面のみが目封じされており、しかも隣接する貫通孔どうし

は、互いに異なる開成状態か閉止状態となっていて市松模様状の目封じとなっている。従って、1つの貫通孔は一方の端面が開なら他端面は閉となり、これに隣接する貫通孔は逆に一方の端面は閉で他端面は開となる。そして、このセラミック構造体は、上記各貫通孔のいずれか一方の端面から被処理ガスを流入させると、他端に向かう途中において多孔質な隔壁を抜けて、隣接する貫通孔に入って他端面から処理済ガスを流出させるようになっている。なお、このセラミック構造体は、多孔質体であり、それ故に各貫通孔を隔てる隔壁を通じて互いに通気が可能で、該構造体の中で容易に他の貫通孔へ入る。このことのために、ガスの入側と出側とでは、異なる貫通孔を流通していくことになる。このようなセラミック構造体に排気ガスを通気すると、上記のようにして一方の端面から流入した排気ガスは、隔壁を通過して流出口に向かう間に、排気ガス中の粒子状物質（パティキュレート）がこの隔壁部分に捕捉され浄化される。なお、この排気ガスの上記浄化作用に伴い、とくに流入口側の隔壁には前記パティキュレートが捕集され堆積するため、次第に目詰まりを起こして通気を妨げるようになる。そのため、このセラミック構造体は、定期的に、バーナーやヒーターといった加熱手段によって目詰まりの原因となる隔壁に堆積したパティキュレートを燃焼除去する処理（以下、単に「再生」という）が必要となる。

【0003】ところが、上記セラミック構造体では、かかる再生において、不均一な加熱過程やパティキュレートの異常燃焼に伴う局所的な発熱、排気ガスの急激な温度変化が与える熱衝撃などによって、構造体内部に不均一な温度分布が生じ、熱応力が作用する。その結果、上記セラミック構造体は、クラックの発生や溶損を招き、ひいては破壊に到らしめてパティキュレートの捕集に支障を与えるという問題があった。

【0004】これに対し従来、上記問題を解決する手段として、例えば、セラミック構造体を、その軸線に垂直な面やその軸線に平行な面で、複数個のセラミック部材に分割することにより、前記セラミック構造体に作用する熱応力を低減させる方法が提案されている（特開昭60-65219号公報参照）。さらに、この分割形のセラミック構造体（以下、「分割セラミック構造体」という）のセラミック部材相互間に生じる隙間に、非接着性のシール材を介挿させることにより、排気ガスのシール性を改善した分割セラミック構造体が提案されている（実開平1-63715号公報参照）。

【0005】上記各提案によれば、分割セラミック構造体は、前記シール材を採用したことによって、一体型のセラミック構造体で見られるような熱応力を開放することができる。しかしながら、上記シール材は非接着性であるため、各セラミック部材を強固に接合できない。そのため、上記従来技術にかかる分割セラミック構造体は、セラミック部材を結束させて一構造体としての形態

を維持するための拘束力が必要であった。この拘束力を付与する手段として、従来、熱膨張性断熱材を最外周部に設けたり、あるいは熱膨張性断熱材を内部シール材として適用している。

【0006】しかしながら、上記の非接着性シール材や熱膨張性断熱材は、再生時の熱や、内燃機関から発生する振動の繰り返しに対する耐久性が低く、そのために、シール材は、体積収縮や強度の劣化が進みシール性が低下してしまう一方、熱膨張性断熱材も、体積膨張後の復元力が急激に低下するという問題があった。従って、上記分割セラミック構造体は、それを構成する複数個のセラミック部材を支持する力を失い、排気ガスの圧力により分解、飛散してしまうことがあった。しかも、たとえガスの流出口側端面に補強部材を設けてもシール材の劣化を防止することは難しく、耐久性の改善が望まれていた。

【0007】とくに、大型の分割セラミック構造体を形成するには、さらに大きな拘束力が必要であり、従来の非接着性シール材や熱膨張性断熱材の組合せでは、初期の段階から対応できなくなり、実用に耐え得るものが得られていない。

【0008】このような実情に鑑み、発明者らは、先に、従来技術が抱える上記問題を克服するための手段として、分割セラミック構造体を構成するシール材を改良し、セラミックファイバー、炭化珪素粉末および無機バインダーとからなるシール材を用いた「排気ガス浄化装置およびその構成体」を提案した(特願平5-204242号公報参照)。この提案によれば、シール材が複数個のセラミック部材を相互に接合させているので、分割セラミック構造体の耐久性をある程度改善することができる。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前記シール材は、セラミック部材相互間に充填され硬化する際に、マイグレーション(溶媒の乾燥除去に伴ってバインダーが移動する現象をいう)を起こし易い傾向があった。そのため、シール材を硬化することにより形成されるシール層が脆弱なものとなる。つまり、上記シール材を構成する無機バインダーは、セラミック部材とシール層とを、強固に接合するとともに、前記シール層の応力緩衝機能の発現に重要な要素となる三次元的に交錯したセラミックファイバーの交錯点を接合する作用がある。ところが、この無機バインダーは、乾燥硬化の過程で起こるマイグレーションによってシール層内部からセラミック部材との接合面に移動し、前記交錯点の接合力が低下して、ひいてはセラミック構造体自体の強度低下を招くので、所望の耐久性を満足させることができなかった。また、上記シール材を構成する炭化珪素粉末も同様に上記マイグレーションに伴って移動し、熱伝導率の低下や不均一を招き、ひいてはセラミック構造体の再生効率低下の原因となった。

【0010】これに対して、上記マイグレーションを抑制することによって、構造体の耐久性を改善する方法も考えられる。しかし、この方法は、シール材の乾燥硬化に長時間を要して生産性を悪くするため好ましくない。以上説明したように、上記従来の分割セラミック構造体は、セラミック構造体としての耐久性等に関し、依然として改善の余地が残されていた。

【0011】この発明は、従来技術が抱えている上述した種々の問題を解消するためになされたものであり、その主たる目的は、セラミック構造体の耐久性を向上させることにある。

【0012】この発明の他の目的は、常温時および高温時におけるシール材の接着性等の材料特性を改善することにある。

【0013】この発明のさらに他の目的は、弾性と耐熱性を維持しつつ、常温時および高温時におけるシール材の接着性ならびに熱伝導性を改善することにより、分割セラミック構造体の耐久性と再生効率の両方を同時に向上させることにある。

【0014】

【課題を解決するための手段】上記目的の実現に向け、発明者らは鋭意研究を続けた結果、以下に示す内容を要旨構成とする発明を見出した。すなわち、この発明は、長手方向に沿って並列する複数の貫通孔を有し、かつ、これらの貫通孔の各端面は、それぞれ市松模様状に目封じされていると共に、ガスの入側と出側とは開閉が逆の関係にあり、そして、これらの貫通孔の隣接するものどうしは、多孔質な隔壁を通じて互いに通気可能にしたセラミック部材を、複数個結束させて集合体としたセラミック構造体において、前記各セラミック部材の相互間を、少なくとも無機繊維、無機バインダー、有機バインダーおよび無機粒子からなり、かつ三次元的に交錯する前記無機繊維と無機粒子とを、前記の無機バインダーおよび有機バインダーを介して互いに結合してなる弾性質素材のシール材を介在させて、一体に接着したことを特徴とするセラミック構造体である。

【0015】ここで、前記シール材は、無機繊維として、シリカアルミナ、ムライト、アルミナおよびシリカから選ばれる少なくとも1種以上のセラミックファイバーを用い、無機バインダーとして、シリカゾルおよびアルミナゾルから選ばれる少なくとも1種以上のコロイダルゾルを用い、有機バインダーが、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロースおよびカルボメトキシセルロースから選ばれる少なくとも1種以上の多糖類を用い、そして無機粒子として、炭化珪素、窒化珪素および窒化硼素から選ばれる少なくとも1種以上の無機粉末またはウィスカーを用いた弾性質素材であることが望ましい。

【0016】具体的には、上記シール材は、下記に述べる構成を具えることがより好ましい。

①. セラミックファイバーのうち、シリカーアルミナセラミックファイバーの含有量は、固形分で、10~70wt%、好ましくは10~40wt%、より好ましくは20~30wt%であることが望ましい。この理由は、含有量が10wt%未満では弾性体としての効果が低下し、一方、70wt%を超えると熱伝導率の低下を招くと共に、弾性体としての効果が低下するからである。

【0017】②. コロイダルゾルのうち、シリカゾルの含有量は、固形分で、1~30wt%、好ましくは1~15wt%、より好ましくは5~9wt%であることが望ましい。この理由は、含有量が1wt%未満では接着強度の低下を招き、一方、30wt%を超えると熱伝導率の低下を招くからである。

【0018】③. 多糖類のうち、カルボキシメチルセルロースの含有量は、固形分で、0.1~5.0 wt%，好ましくは0.2~1.0 wt%，より好ましくは0.4~0.6 wt%であることが望ましい。この理由は、含有量が0.1 wt%未満ではマイグレーションを抑制できず、一方、5.0 wt%を超えると高温の熱履歴により有機バインダーが焼失し、強度が低下するからである。

【0019】④. 無機粉末またはウィスカーのうち、炭化珪素粉末の含有量は、固形分で、3~80wt%、好ましくは10~60wt%、より好ましくは20~40wt%であることが望ましい。この理由は、含有量が3 wt%未満では、熱伝導率の低下を招き、一方、80wt%を超えると高温時での接着強度の低下を招くからである。

【0020】⑤. 上記シール材を構成するセラミックファイバーのうち、シリカーアルミナセラミックファイバーは、そのショット含有量が1~10wt%、好ましくは1~5wt%、より好ましくは1~3wt%で、繊維長が1~100mm、好ましくは1~50mm、より好ましくは1~20mmであることが望ましい。この理由は、ショット含有量を1wt%未満にするのは製造上困難であり、ショット含有量が50wt%を超えると、被シール材（セラミック部材）の壁を傷つけるからである。一方、繊維長は、1mm未満では弾性構造体を形成することができず、100mmを超えると、毛玉のようになって無機微粒子の分散を悪くすると共に、シール材の厚みを薄くできないために被シール材間の熱伝導性の低下を招くからである。

【0021】⑥. 上記シール材を構成する無機粉末またはウィスカーのうち、炭化珪素粉末は、その粒径が0.01~100 μm、好ましくは0.1~15 μm、より好ましくは0.1~10 μmであることが望ましい。この理由は、粒径が100 μmを超えると、接着力（強度）および熱伝導性の低下を招き、一方、0.01 μm未満ではコスト高になるからである。

【0022】

【作用】この発明にかかるセラミック構造体の特徴は、複数個のセラミック部材を一体に接合して結束できるシール材の構成にある。具体的には、まず第1に、シール

材を構成する無機繊維と有機バインダーが相互に絡み合うことにより、組織の均一性と低温領域での接合性を改善し、セラミック構造体の耐久性を向上させた点にある。つまり、早期に乾燥硬化する有機バインダーを採用することによって、従来のシール材で見られるようなマイグレーションの発生を抑制し、無機繊維どうしの三次元的な結合の維持と、無機繊維への無機粒子の固定化を可能とした点に特徴がある。これにより、シール材を、組織的に均一で、かつ接着性、弾性および強度に優れた弾性質素材とすることができ、その結果、このようなシール材によって複数個のセラミック部材を一体に結束したセラミック構造体は、外部からの拘束力を与えなくても十分な接着強度を有し、同時に熱応力を開放することができる。

【0023】第2の特徴は、シール材を構成する無機繊維と無機バインダーとの絡み合いの効果で、高温領域での接着強度を維持できる点にある。その理由は、高温領域では、有機バインダーは焼成除去されてしまうが、無機バインダーが加熱によってセラミック化され、このセラミックスが、無機繊維どうしの交錯点に存在し、無機繊維どうしおよびセラミック部材との接合に寄与するものと考えられている。一方で、この無機バインダーは、乾燥および加熱により低温領域でも接着強度を保持できる。

【0024】従って、シリカーアルミナなどのセラミックファイバーとシリカゾルなどの無機バインダーの絡み合いによる上記の効果と、前記有機バインダーとの相乗効果により、低温域および高温域での接着強度に優れたセラミック構造体とすることができる。

【0025】第3の特徴は、無機粒子が、無機繊維の表面や無機バインダーの表面及び内部に介在して、セラミック構造体の熱伝導率を改善する点にある。特に、窒化物や炭化物の無機粒子は、窒化物もしくは炭化物の持つ高熱伝導特性により、熱伝導率を著しく向上させることができる。

【0026】従って、上記無機粒子を含むシール材は、熱伝導率に優れ、例えば、排気ガス浄化装置用フィルタに用いると、複数のセラミック部材を組み合わせたときにできる空隙を埋めると同時に、再生時に温度ピーク現象を招くことなく、セラミック構造体の破損を有効に防止することができる。しかも、熱サイクルによるクラックの発生が低減され、フィルタ外周のエッジ部の加熱も比較的短時間ででき、再生効率を向上させることができる。

【0027】以下、この発明のセラミック構造体について詳細に説明する。セラミック構造体は、排気ガス浄化装置用フィルタとして用いる場合には、それを構成するシール材が、耐熱性のほかに、弾性、熱伝導性、接合性および強度等を備えていることが必要である。弾性に優れていると、加熱によってフィルタに熱応力が加わるよ

10

20

30

40

50

うなときでも、その熱応力を確実に開放することができるからである。また、熱伝導性に優れていると、発熱体の熱が構造体全体に速やかにかつムラなく伝導し、排気ガス浄化装置内部の温度差も小さくなるからである。また、接合性および強度に優れたものであると、隣接して結束されているセラミック部材同士の接着性が優れ、セラミック構造体自体の耐久性も優れるものとなるからである。

【0028】この発明は、上記物性を示すシール材の構成として、無機繊維、無機バインダー、有機バインダーおよび無機粒子を用い、かつ、三次元的に交錯する前記無機繊維と無機粒子とを、前記の無機バインダーおよび有機バインダーを介して互いに結合して弾性構造体としたことを特徴とする。

【0029】ここで、無機繊維としては、シリカーアルミナセラミックファイバー、ムライトファイバー、アルミナファイバーおよびシリカファイバーがあるが、特にシリカーアルミナセラミックファイバーが望ましく、弾性に優れると共に熱応力を吸収する作用を示す。

【0030】無機バインダーとしては、コロイダルゾルが望ましく、例えば、アルミナゾル、シリカゾルがあるが、特にシリカゾルが望ましく、接着剤（無機バインダー）として作用する。このシリカゾルは、入手しやすく、焼成により容易に SiO_2 となるため高温領域での接着剤として好適であり、しかも、絶縁性に優れている。

【0031】有機バインダーとしては、親水性有機高分子が望ましく、特に多糖類がより好ましい。具体的には、ポリビニルアルコールやメチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロースなどがあるが、特にカルボキシメチルセルロースが望ましく、組立時の流動性を確保し（作業性向上に寄与し）、常温領域での優れた接着性を示す。

【0032】無機粒子としては、炭化物および/または窒化物の無機粒子が望ましく、例えば炭化珪素、窒化珪素および窒化硼素がある。これらの炭化物や窒化物は、熱伝導率が非常に大きく、セラミックファイバー表面やコロイダルゾルの表面および内部に介在して熱伝導性の向上に寄与する。例えば、炭化珪素の熱伝導率は $0.19 \text{ cal/cm} \cdot \text{sec} \cdot ^\circ\text{C}$ 、窒化硼素の熱伝導率は $0.136 \text{ cal/cm} \cdot \text{sec} \cdot ^\circ\text{C}$ 、これに対してアルミナの熱伝導率は $0.08 \text{ cal/cm} \cdot \text{sec} \cdot ^\circ\text{C}$ 程度であり、特に炭化物や窒化物は、熱伝導率の改善に効果的であることが判る。これらの炭化物および窒化物の無機粒子のうち、特に炭化珪素は熱伝導の点で最適である。窒化硼素は、セラミックファイバーとのなじみが炭化珪素より低いからである。すなわち、接着性、耐熱性、耐水性および熱伝導率を総て兼ね備えているのが炭化珪素であることがその理由である。

【0033】

【実施例】以下に、この発明のセラミック構造体をディーゼルエンジンに取り付けられる排気ガス浄化装置用フィルタに具体化した実施例を図1～図5に基づき詳しく説明する。図1は、この発明のセラミック構造体を用いた排気ガス浄化装置用フィルタ1を示す図であり、図2は、このフィルタの部分断面拡大図である。これらの図において、排気ガス浄化装置用フィルタ1は、8本の角柱状のセラミック部材2と4本の断面直角二等辺三角形状のセラミック部材3を、部材相互間に弾性質素材からなるシール材（厚さ $1.5 \sim 3.0 \text{ mm}$ ）4を介在させて一体に接着して構成されている。図3～5は、排気ガス浄化装置用フィルタ1の一部分を構成しているセラミック部材2を示す図である。これらの図において、角柱状（ $33 \text{ mm} \times 33 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ ）のセラミック部材2には、断面略正方形形状の貫通孔2aがその軸線方向に沿って規則的に穿設されている。これらの貫通孔2aは、厚さ 0.3 mm の多孔質な隔壁2bによって互いに隔てられている。各貫通孔2aの排気ガス流入側または流出側のいずれかの一端は、多孔質焼結体製の封止片2cによって市松模様状に封止されている。その結果、セラミック部材2の流入側または流出側のいずれか一方のみに開口するセルC1、C2が形成された状態となっている。なお、セルC1、C2の隔壁2bには、白金族元素やその他の金属元素およびその酸化物等からなる酸化触媒を担持してもよい。担持するとバティキュレート（Batticulate）の着火温度が低下するためである。また、セラミック部材3は、断面形状が直角二等辺三角形状であることを除いてセラミック部材2と同様の構成を有している。そして、本実施例の排気ガス浄化装置用フィルタ1を構成するセラミック部材2、3の場合、平均気孔径が $10 \mu\text{m}$ 、気孔率が43%、セル壁の厚さが 0.3 mm 、セルピッチが 1.8 mm に設定されている。本実施例は、以上説明したような構成にある排気ガス浄化装置用フィルタ1を作製して、そのフィルタの性能評価を行ったものである。

【0034】（実施例1）

(1) α 型炭化珪素粉末51.5重量%と β 型炭化珪素粉末22重量%とを湿式混合し、得られた混合物に有機バインダー（メチルセルロース）と水とをそれぞれ6.5重量%、20重量%ずつ加えて混練した。次に、可塑剤と潤滑剤を少量加えてさらに混練し、この混練物を押出成形することにより、ハニカム状の生成形体を得た。

(2) 次に、この生成形体をマイクロ波による乾燥機を用いて乾燥し、その後、成形体の貫通孔2aを多孔質焼結体製の封止片2c形成用のペーストによって封止した後、再び乾燥機を用いて封止片2c用ペーストを乾燥させた。そして、この乾燥体を 400°C で脱脂した後、更にそれをアルゴン雰囲気下にて 2200°C で焼成し、多孔質でハニカム状のセラミック部材2、3を得た。

(3) セラミックファイバー（アルミナシリケートセラミックファイバー、ショット含有率3%、繊維長さ $0.1 \sim$

100 mm) 23.3重量%、平均粒径0.3 μm の炭化珪素粉末30.2重量%、無機バインダーとしてのシリカゾル(ゾルの SiO_2 の換算量は30%) 7重量%、有機バインダーとしてのカルボキシメチルセルロース 0.5重量%および水39重量%を混合し、混練したものをペースト状にしてシール材を作成した。

(4) セラミック部材2、3相互間に前記シール材を充填し、50~100 $^{\circ}\text{C} \times 1$ 時間にて乾燥、硬化して、セラミック部材2、3とシール材4とを接合して一体化した、図1に示すようなフィルタ1を作製した。

なお、上記シール材は、マイグレーションを引き起こすことなく乾燥、硬化することができた。

【0035】(実施例2) 本実施例は、基本的に実施例1と同様であるが、シール材を実施例1にあるものに代えて次のものとした。セラミックファイバー(ムライトファイバー、ショット含有率5% 繊維長さ0.1~100 mm) 25重量%、平均粒径1.0 μm の窒化珪素粉末30重量%、無機バインダーとしてのアルミナゾル(アルミナゾルの換算量は20%) 7重量%、有機バインダーとしてのポリビニルアルコール0.5重量%およびアルコール37.5重量%を混合し、混練したものを使用した。なお、上記シール材は、マイグレーションを引き起こすことなく乾燥、硬化することができた。

【0036】(実施例3) 本実施例は、基本的に実施例1と同様であるが、シール材を実施例1にあるものに代えて次のものとした。セラミックファイバー(アルミナファイバー、ショット含有率4% 繊維長さ0.1~100 mm) 23重量%、平均粒径1 μm の窒化珪素粉末35重量%、無機バインダーとしてのアルミナゾル(アルミナゾルの換算量は20%) 8重量%、有機バインダーとしてのエチルセルロース0.5重量%およびアセトン35.5重量%を*

*混合し、混練したものを使用した。なお、上記シール材は、マイグレーションを引き起こすことなく乾燥、硬化することができた。

【0037】(比較例1) 本実施例は、基本的に実施例1と同様であるが、シール材を実施例1にあるものに代えて従来のシール材である以下のものとし、さらに、最後に、フィルタ1の最外周部をセラミックファイバーの断熱材(セラミックファイバー63重量%、 α -セピオライト7重量%、未膨張パーミキュライト20重量%および有機結合剤10重量%)で被覆した。セラミックファイバー(アルミナ-シリカファイバー、ショット含有率2.7%、繊維長さ30~100 mm) 44.2重量%、無機バインダーとしてのシリカゾル13.3重量%および水42.5重量%を混合し、混練したものをペースト状またはシート状にして使用した。なお、上記シール材は、乾燥、硬化する際に、マイグレーションを引き起こした。

【0038】実施例1~3および比較例1で作製したフィルタ1の性能評価を以下に示す方法にて実施した。(初期およびヒートサイクル後の接着強度の測定) 図6に示すように、フィルタ1から、セラミック部材3個分をテストピースとして切出し、中心のセラミック部材に荷重をかけ、剥がれが生じた時の荷重を測定した。また、実際の使用では、常温から900 $^{\circ}\text{C}$ までの急熱、急冷が予想されるため、室温~900 $^{\circ}\text{C}$ のヒートサイクルテストを行ったものについても評価した。表1には、フィルタ1を構成するセラミック部材2、3相互間の初期およびヒートサイクル後(100回後)の接着強度の測定結果を示した。

【0039】

【表1】

| | 初期状態の接着強度 | ヒートサイクル後の接着強度 |
|------|------------------------|-------------------------|
| 実施例1 | 4.6 kg/cm ² | 7.6 kg/cm ² |
| 実施例2 | 4.5 kg/cm ² | 5.3 kg/cm ² |
| 実施例3 | 4.3 kg/cm ² | 5.6 kg/cm ² |
| 比較例1 | 2.3 kg/cm ² | 0.76 kg/cm ² |

なお、ヒートサイクル後の方が強度が向上する理由は、900 $^{\circ}\text{C}$ の加熱によるシリカの焼結作用のためであると推定される。

【0040】(熱伝導率の測定) 図7に示すように、セラミック部材4個分をテストピースとして切出し、外周を断熱材で囲い、ヒーター6の上に設置して20分間加熱する。この時の T_1 と T_2 の温度差を測定した。表2には、図7に示す T_1 と T_2 の温度差を各実施例1~3および比較

例について測定した結果を示した。

【0041】

【表2】

| | T1-T2温度差 |
|------|----------|
| 実施例1 | 55℃ |
| 実施例2 | 65℃ |
| 実施例3 | 70℃ |
| 比較例1 | 180℃ |

【0042】以上の結果から明らかなように、この発明のセラミック構造体を用いたフィルタは、高温、常温でも非常に高い接着強度を有し、熱サイクル特性にも優れることから、フィルタとしての耐久性に優れることを確認した。しかも、このセラミック構造体は、熱伝導性にも優れるので、フィルタ内部に位置するセラミック部材でのピーク温度の発生を低減でき、エッジ部分に位置するセラミック構造体の昇温時間を短縮させることができることから、再生効率の向上を同時に実現させることができる。

【0043】なお、この発明のセラミック構造体が適用されるフィルタ1の構成は、上記実施例に記載のものに限定されることはなく、以下のような構成に変更することが可能である。例えば、

(a) セラミック部材の組み合わせ数は前記実施例のように12個でなくても良く、任意の数にすることが可能である。この場合、サイズ・形状等の異なるセラミック部材を適宜組み合わせ使用することも勿論可能である。なお、セラミック部材を複数個組み合わせた構成を採るときは、大型の排気ガス浄化装置用フィルタを作製するときに特に有利である。

(b) 前記実施例のフィルタ1は、いわば1つの大きなフィルタが軸線方向に沿って複数個に分割された状態になっているとも捉えることができる。そこで、例えばフィルタをドーナツ状に分割した状態、軸線方向に垂直に分割した状態などにするというような変形例も考えられる。

(c) 前記実施例にて示したようなハニカム状のセラミック部材2、3のみに限らず、例えば三次元網目構造、フォーム状、ヌードル状、ファイバー状等を採用す*

＊ることが勿論可能である。また、セラミック部材2、3用の材料として、炭化珪素以外のものを選択しても勿論良い。

(d) フィルタ1を構成する場合、セラミック部材2、3相互間にヒータを設けてなる構成としてもよい。この場合、ヒータは金属線であることに限定されない。つまり、ヒータは、金属メタライズ、導体ペーストの印刷、スパッタリング等といった方法によって作製したものであってもよい。

10 【0044】本実施例においては、この発明のセラミック構造体を、ディーゼルエンジンに取り付けられる排気ガス浄化装置用フィルタに具体化した例について説明したが、このセラミック構造体は、排気ガス浄化装置用フィルタ以外にも、例えば、熱交換器用部材、あるいは高温流体、高温蒸気の濾過フィルタとして使用することができる。

【0045】

【発明の効果】以上説明したようにこの発明のセラミック構造体は、温度に関係なく接着強度に優れ、しかも熱伝導率にも優れるので、例えば、排気ガス浄化装置用フィルタに適用すると、再生時間の短縮、再生効率や耐久性の向上を実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明のセラミック構造体を用いた排気ガス浄化装置用フィルタを示す斜視図である。

【図2】この発明のセラミック構造体を用いた排気ガス浄化装置用フィルタの部分拡大断面図である。

【図3】この発明にかかる排気ガス浄化装置用フィルタのセラミック部材を示す斜視図である。

30 【図4】図3のA-A線における一部破断拡大断面図である。

【図5】図4のB-B線における拡大断面図である。

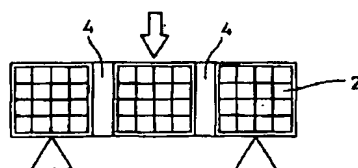
【図6】接着強度の測定試験の説明図である。

【図7】熱伝導率の測定試験の説明図である。

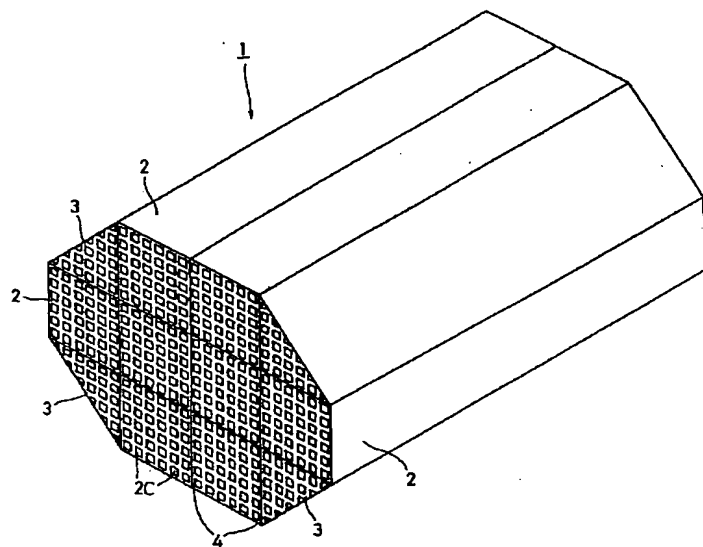
【符号の説明】

- 1 排気ガス浄化装置用フィルタ
- 2, 3 セラミック部材
- 4 シール材
- 5 断熱材

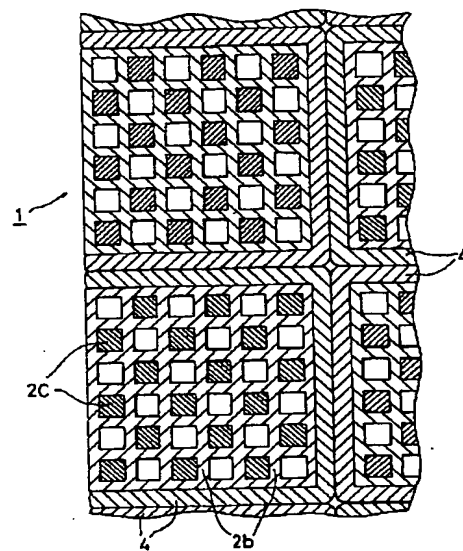
【図6】



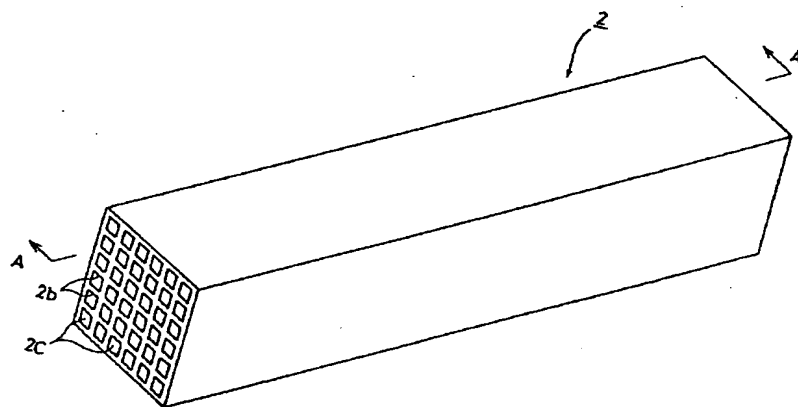
【図 1】



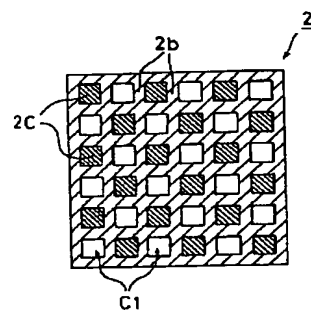
【図 2】



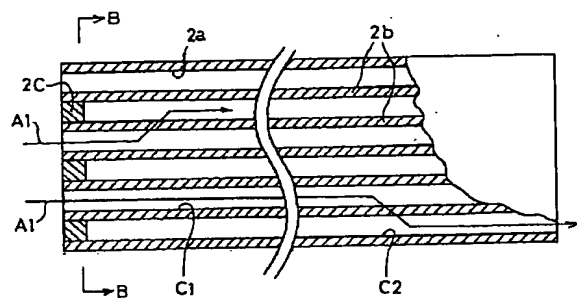
【図 3】



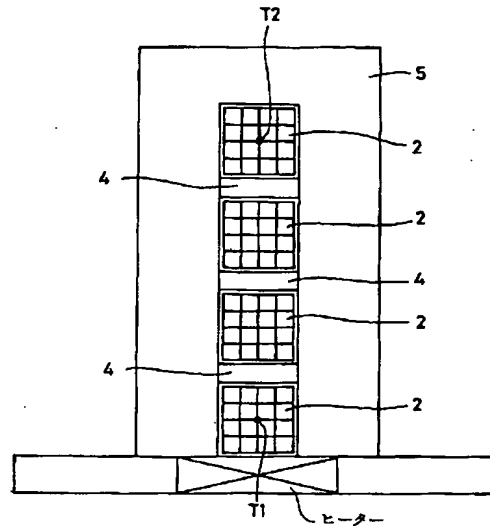
【図 5】



【図 4】



【図7】



フロントページの続き

| (51)Int.Cl. ⁶ | 識別記号 | 序内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|-------|---------|---------------|---------|
| B 0 1 J 35/04 | Z A B | 3 0 1 J | | |
| C 0 4 B 35/565 | | | | |
| 35/584 | | | | |
| 35/583 | | | | |
| | | | C 0 4 B 35/58 | 1 0 3 M |

(72)発明者 島戸 幸二
岐阜県揖斐郡揖斐川町北方1-1 イビデ
ン株式会社内

(72)発明者 岡添 弘
埼玉県上尾市大字壱丁目1番地 日産ディ
ーゼル工業株式会社内

(72)発明者 岩広 政器
埼玉県上尾市大字壱丁目1番地 日産ディ
ーゼル工業株式会社内